

JCSS 技術的要求事項適用指針

登録に係る区分: 粘度

校正手法の区分の呼称: 粘度標準液、粘度計

(第6版)

平成26年10月21日

独立行政法人製品評価技術基盤機構 認定センター

この指針に関する全ての著作権は、独立行政法人製品評価技術基盤機構に属します。 この指針の全部又は一部転用は、電子的・機械的(転写)な方法を含め独立行政法人 製品評価技術基盤機構認定センターの許可なしに利用することは出来ません。

発行所 独立行政法人 製品評価技術基盤機構

認定センター

住所 〒151-0066 東京都渋谷区西原2丁目49-10

TEL 03-3481-1921 (代)

FAX 03-3481-1937

E-mail jcss@nite.go.jp

Home page http://www.iajapan.nite.go.jp/jcss/

目 次

序	文			4
1.	適用	範囲]	4
2.	引用	規格	· 及び関連文書	4
2.	1	引用	規格	4
2.	2	関連	主文書	5
3.	用語	<u> </u>		5
4.	参照	標準	<u> </u>	6
4.	1	常用	参照標準及び実用標準による校正範囲	6
4.	1.	1	校正対象機器	6
4.	1.	2	校正範囲	7
4.	2	常用	参照標準及び実用標準の校正周期	8
4.	3	常用	参照標準及び実用標準の具備条件	8
4.	3.	1	細管式粘度校正装置	8
4.	3.	2	粘度計校正用標準液及び粘度校正液	
4.	3.	3	細管粘度計	9
4.	3.	4	回転粘度計	9
4.	3.	5	振動粘度計	9
5.				
6.	測定	三のト	·レーサビリティと校正	10
7.	施設	と及び	『環境条件	11
7.	1	施設	<u>, </u>	11
7.	2	環境	<u> </u>	11
8.	校正	方法	・及び方法の妥当性	11
8.	1	校正	方法	11
8.			手順書によらない場合	
9.	最高	別定	『能力及び測定の不確かさ	14
9	1 最	高測	定能力	14
			どの不確かさ	
			『リング	
1 1	. 杉	記述	目の取扱い	14
1 2	2. 結	ま果の)報告(校正証明書)	14
	_			
			「ス及び供給品の購買	
			『請書の記載事項	
		-	1	
			申請書及び申請書別紙の記載例	17
別法	52-	- 1 ~	·2-5 校正証明書2頁目記載例	19

J C S S 技術的要求事項適用指針 登録に係る区分: 粘度

序文

この技術的要求事項適用指針(以下、適用指針という。)は、JCSSにおいて登録の要件として用いる ISO/IEC 17025 及び ISO Guide34 に規定されている技術的要求事項の明確化及び解釈を次の適用範囲について示すことを目的としている。ただし、ISO Guide34 は、認定国際基準に対応する事業者である粘度計校正用標準液及び粘度校正液を生産する事業者にのみ適用するものとする。

1. 適用範囲

この適用指針は、JCSSにおける登録に係る区分「粘度」について定める。

2. 引用規格及び関連文書

2. 1 引用規格

- ・ISO/IEC 17025 (2005) General requirements for the competence of testing and calibration laboratories(JIS Q 17025 (2005) 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項)
- ISO Guide 34 (2009) General requirements for the competence of reference material producers (JIS Q 0034 (2012) 標準物質生産者の能力に関する一般要求事項)
- ISO Guide 31 (2000) Reference materials Contents of certificates and labels (JIS 0 0031 (2002) 標準物質-認証書及びラベルの内容)
- ・ISO/IEC Guide 99 (2007) International vocabulary of metrology Basic and general concepts and associated terms (VIM) (国際計量計測用語-基本及び一般概念並びに関連用語 (VIM))
- ・ISO/IEC Guide 98-3(2008) Uncertainty of measurement Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement(GUM:1995) (測定の不確かさ 第3部: 測定における不確かさの表現の手引 (GUM:1995))
- JIS Z 8103 (2000) 計測用語
- JIS Z 8703 (1983) 試験場所の標準状態
- JIS Z 8804 (2012) 液体の密度及び比重の測定方法
- ・JIS K 2283 (2000) 原油及び石油製品-動粘度試験方法及び粘度指数算出方法
- · JIS Z 8803 (2011) 液体の粘度測定方法
- JIS Z 8809 (2011) 粘度計校正用標準液
- JIS K 0061 (2001) 化学製品の密度及び比重測定方法
- ISO/TR 3666 (1998) Viscosity of water (水の粘度)
- ISO 3104 (1994) Petroleum products Transparent ad opaque liquids Determination of kinematic viscosity and calculation of dynamic viscosity (石油製品 透明及び不透明液体 動粘度の測定及び粘度の計算)
- ・ISO 3105 (1994) Glass capillary kinematic viscometers Specifications and operating instructions (ガラス細管動粘度計 仕様及び取扱説明書)

- ASTM D2162 (2013) Standard practice for basic calibration of master viscometers and viscosity oil standards (マスター粘度計と粘度標準液の基本的な校正の標準的技法)
- ASTM D446 (2012) Standard specifications and operating instructions for glass capillary kinematic viscometers (ガラス毛細管式動粘度計の標準仕様と操作方法)
- •ISO 2555 (1989) Plastics -Resins in the liquid state or as emulsions or dispersions

 -- Determination of apparent viscosity by the Brookfield Test method (JIS K 7117-1 (1999) プラスチック -液状、乳濁状又は分散状の樹脂 ブルックフィールド形回転粘度計による見掛け粘度の測定方法)
- ・ISO 3219 (1993) Plastics Polymers/resins in the liquid state or as emulsions or dispersions -Determination of viscosity using a rotational viscometer with defined shear rate (JIS K 7117-2 (1999) プラスチック-液状、乳濁状又は分散状の樹脂-回転粘度計による定せん断速度での粘度の測定方法)
- DIN 53019-1 (2008) Viscosimetry Determination of viscosities and flow curves by means of rotational viscometers Part 1: Principles and measuring geometry (粘度測定法 -回転粘度計による粘度と流動曲線の決定 第1部:原理と測定装置)
- DIN 53019-2 (2001) Viscosimetry Determination of viscosity and flow curves with rotational viscometers Part2: Viscometer calibration and determination of uncertainty of measurement (粘度測定法 回転粘度計を使用した粘度と流動曲線の決定 第2部: 粘度計の校正と測定の不確かさの決定)

2. 2 関連文書

- ・ JCSS 登録の一般要求事項(JCRP21)
- ・校正における測定の不確かさの評価(JCG200)
- ・IAJapan 測定のトレーサビリティに関する方針(URP23)
- ・OIML D17 (1987) Hierarchy scheme for instruments measuring the viscosity of Liquids (国際法定計量機関国際文書 NO.17液体の粘度測定器の階級図式)
- ・OIML R69 (1985) Glass capillary viscometers for the measurement of kinematic viscosity Verification method (国際法定計量機関国際勧告 No. 69 動粘度測定用 ガラス細管粘度計:検定方法)
- ・計量研究所報告、1976 年 25 卷 3 号 29-43 頁、「正流形細管式比較標準粘度計の粘度計 定数の決定」、倉野、吉田、倉瀬、及びその中の参考文献
- ・改訂 粘度、計量管理技術双書(1) (川田 裕郎著、コロナ社刊)

3. 用語

- 3. 1 この適用指針では、ISO/IEC 17025、ISO Guide 34、VIM、JIS Z 8103 及び JIS Z 8703 の該当する用語を適用する。
- 3.2 経済産業省告示第76号(平成21年4月13日)で定められている校正手法の区分「粘度又は動粘度を実現する計量器を、粘度若しくは動粘度の標準器との比較又は粘度若し

くは動粘度以外の物象の状態の量の測定により校正する手法」のうち、「粘度若しくは動粘度以外の物象の状態の量の測定」という記述を「水の粘度の国際基準値及び時間の標準に基づいた校正手法であって、粘度計定数が水の粘度値を基準に連鎖して校正されている細管式粘度校正装置を用いた測定」と定義する。

- 3. 3 この適用指針では、次の定義を適用する。
 - ・細管式粘度校正装置:水の粘度の国際基準値である20°C、標準大気圧力(0.101325 MPa)下における水(蒸留水)の動粘度の絶対値1.0034 mm²/s (ISO/TR 3666 (1998) Viscosity of water)を基準にした方法で連鎖して粘度計定数が校正された細管式標準粘度計群、並びにJCSS登録事業者によって校正された温度及び時間の計測器を有する、粘度計校正用標準液を校正する計量器であって、粘度のトレーサビリティ体系において、最上位に位置づけられる装置。
 - ・常用参照標準:細管式粘度校正装置に付属する周波数標準器、細管式粘度校正装置により校正された粘度計校正用標準液、この標準液に連鎖して校正された粘度計、又は粘度校正液であって、校正事業者の保有する最上位の標準器。
 - ・実用標準:常用参照標準によって校正された粘度計、粘度計校正用標準液又は粘度校 正液であって、標準器として使用するもの。
 - ・校正用機器:常用参照標準及び実用標準以外の計測器。校正用機器のうち、認定事業 の校正結果に重大な影響を及ぼすものを重要校正用機器という。
 - (参考)校正結果に重大な影響を及ぼす校正用機器とは、①校正結果の補正に必要な特性を持つ機器、②一つの目安として合成標準不確かさへの寄与が3.162分の1(校正事業者がより厳密に評価する場合には、10分の1)以上ある特性を持つ機器等である。
 - ・粘度計校正用標準液:細管式粘度校正装置を使用して動粘度が校正されたニュートン 性液体。測定された動粘度に密度を乗じることによって、その粘度が得られる。
 - ・粘度校正液:常用参照標準又は実用標準である細管粘度計、回転粘度計若しくは振動 粘度計によって、動粘度又は粘度について校正された標準液であり、ニュートン性 液体であるもの。

4. 参照標準

- 4. 1 常用参照標準及び実用標準による校正範囲
- 4. 1. 1 校正対象機器
 - 1) 校正対象機器は表1のとおりとする。
 - 2) 表 1 は、同一の温槽内にて同一の試料を用いて、常用参照標準又は実用標準である 粘度計により校正対象機器である粘度計を直接比較校正する場合を含めることとする。
 - 3) 表 1 は、粘度計を校正対象機器とする場合の標準器として粘度計校正用標準液、粘度校正液に加えて、4.3.1の1)の具備条件を満足する水を含めることとする。
 - 4) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液については、具体的な物質名を明記した文書を 登録申請書に添付すること。
 - 5) 細管粘度計については、校正対象機器の型番、粘度計定数又は動粘度範囲等を明記した文書を登録申請書に添付すること。
 - 6) 回転粘度計については、校正対象機器の型番、粘度計定数、粘度目盛又は粘度範囲

等を明記した文書を登録申請書に添付すること。

- 7) 振動粘度計については、校正対象機器の型番、粘度計定数、粘度目盛又は粘度範囲 等を明記した文書を登録申請書に添付すること。
- 8) 前項 1) ~7) により登録された校正対象機器として規定したものを変更又は追加する場合は、登録された校正範囲内で、その内容を記載した登録申請書の添付書類の変更届を提出すること。

- · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	
参照標準	校正対象機器
(常用参照標準)	
周波数標準器	粘度計校正用標準液
(ただし、細管式粘度校正装置に付属す	
るもの)	
(常用参照標準又は実用標準)	
粘度計校正用標準液	細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計
(常用参照標準又は実用標準)	
細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計	粘度校正液、ニュートン性液体
(常用参照標準又は実用標準)	
粘度校正液	細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計

表 1. 使用する参照標準と校正対象機器

4. 1. 2 校正範囲

使用する標準器、校正方法及び校正対象機器に応じて、適用される校正範囲を次のとおりとする。

- 1) 細管式粘度校正装置による粘度計校正用標準液の校正範囲
 - 細管式粘度校正装置による粘度計校正用標準液の動粘度及び粘度の校正範囲は、
 - 0.5 mm²/s 以上 500 000 mm²/s 以下及び 0.4 mPa·s 以上 450 000 mPa·s 以下とし、その範囲内で校正できる動粘度及び粘度範囲を校正事業者が設定するものとする。
- 2) 粘度計校正用標準液による細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正範囲 上記 1) に示した粘度計校正用標準液を用いて細管粘度計、回転粘度計、振動粘度 計を校正する場合には、使用する粘度計校正用標準液の範囲内で校正できる粘度計定 数、粘度目盛又は動粘度及び粘度範囲を校正事業者が設定するものとする。
- 3) 粘度計による粘度校正液、ニュートン性液体の校正範囲
 - 上記 1) 示した粘度計校正用標準液により校正された粘度計を用いて、粘度校正液、 ニュートン性液体の粘度を校正する場合には、校正できる粘度範囲は校正事業者が設 定するものとする。
- 4) 粘度計による粘度計の校正範囲
 - 上記 2)に示した粘度計を用いて、上記 1)又は 3)に示した同一の粘度計校正用標準液又は粘度校正液を用い、同一の温槽内にて細管粘度計、回転粘度計、又は振動粘度計を校正する場合には、使用する粘度計校正用標準液又は粘度校正液の範囲内で校正できる粘度計定数、粘度目盛又は動粘度及び粘度範囲を校正事業者が設定するものとする。
- 5) 粘度校正液による細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正範囲 上記 3) に示した粘度校正液を用いて、細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計を校 正する場合には、使用する粘度校正液の範囲内で校正できる粘度計定数、粘度目盛又

は動粘度及び粘度範囲を校正事業者が設定するものとする。

4. 2 常用参照標準等の校正周期

校正周期は校正実施日の翌月の一日から起算するものとする。ただし、校正結果に影響を与えるような異常が検出された場合には、使用を禁止し、再校正を行うこと。

- 1) 細管式粘度校正装置の校正周期 校正周期は5年以内とする。また、周波数標準器の校正周期を5年とする。
- 2) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液の校正の期間 校正周期は2年以内とし、校正の不確かさには校正の周期における安定性の不確か さが考慮されていること。
- 3) 細管粘度計の校正周期 校正周期は5年以内とする。
- 4) 回転粘度計及び振動粘度計の校正周期 校正周期は1年以内とする。

4. 3 常用参照標準等の具備条件

- 4. 3. 1 細管式粘度校正装置
 - 1) 水は2段蒸留した水(ISO/TR 3666 (1998) を参照)、又は精製度がそれに相当する以上である別の手段により精製された水(例えば、1段蒸留に濾過とイオン交換等を複数段組み合わせた市販の蒸留水精製装置を用いて得られた水)であり、いずれも精製して間もないものであること。
 - 2) 細管式標準粘度計の仕様については、必要に応じて次の文書における該当する記載を参考とする。
 - 2. 1 引用規格の中の ASTM D2162 (2013)
 - ・2. 2 関連文書の中の 0IML D17 (1987) 及び計量研究所報告とその中の参考文献
 - a) ほうけい酸ガラス又はこれとほぼ同等の熱膨張係数を有する硬質ガラスを材質と すること。
 - b) 粘度計は、細管部の長さが少なくとも 400 mm 以上あること。
 - c) 粘度計は、その粘度計定数の範囲が 0.0003 mm²/s² から 250 mm²/s² 程度の範囲になるように、細管の内径の異なるもので 1 組を構成する。水と水以外の粘度計校正用標準液の表面張力の違いの影響を補正すること。
 - d) 粘度計は、上記 a)、b) で構成されるもの 2 組から構成される。
 - e) 粘度計の粘度計定数は、20 °C、標準大気圧力下における水の動粘度の絶対値を基準にした方法で連鎖して校正するものとする。校正実施時の温度、圧力、空気の密度を記録する。
 - 3) 粘度計用恒温槽は、細管式標準粘度計を 2 本又はそれ以上入れることを可能とし、 槽内の温度変動を安定化制御する機能を有すること。槽内の温度分布とその変動が評価されていること。
 - 4) 特定標準器へのトレーサビリティが確保されている時間の計測器を有すること。
 - 5) 特定標準器等へのトレーサビリティが確保されている温度の計測器を有すること。

4. 3. 2 粘度計校正用標準液及び粘度校正液

- 1) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液は JIS Z 8809 (2011)で記載されている液体(透明な炭化水素油で、浮遊物、添加剤、その他有害なものを含まないニュートン性液体)及び化学的に安定な他の有機液体も含む。
- 2) 同一ロットとして生産される粘度計校正用標準液及び粘度校正液の動粘度又は粘度 のばらつき、及び校正期間における動粘度又は粘度の経時変化が校正の不確かさより も小さいものでなければならない。
- 3) 大気圧力下において任意の温度で校正できるものとする。校正実施時の温度等を記録すること。
- 4) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液の品質及びニュートン性については JIS Z 8809 (2011)及びその解説の記載内容に従うものとする。JIS Z 8809 (2011)に記載されていない液体を粘度計校正用標準液又は粘度校正液とする場合は安定性及び回転粘度計等を用いたずり速度依存性の無いことを示す根拠となるデータを示すこと。

4. 3. 3 細管粘度計

- 1) 細管粘度計及び関連する校正用機器の仕様については必要に応じて次の文書における該当する記載を参考とする。
- 2. 1 引用規格の中の JIS Z 8803 (2011), JIS K 2283 (2000), ISO 3104 (1994), ISO 3105 (1994), ASTM D2162 (2013), ASTM D446 (1997)
- 2. 2 関連文書の中の OIML D17 (1987), OIML R69 (1985)
- 2) 緯度の違いが重力加速度に与える影響については 0 IML R69 (1985) 等を参照し、依頼 者からの要望があれば重力加速度の違いに伴う粘度計定数の補正方法を説明すること。

4. 3. 4 回転粘度計

- 1) 単一円筒形回転粘度計の仕様については次の文書における該当する記載を参考とする。
- 2. 1 引用規格の中の JIS Z8803 (1991), ISO 2555 (1989)(JIS K 7117-1 (1999))
- 2) 共軸二重円筒形回転粘度計、及び円すい一平板形回転粘度計の仕様については次の文書における該当する記載を参考とする。
- 2. 1 引用規格の中の ISO 3219 (1993) (JIS K 7117-2 (1999)), DIN 53019-1 (2008), DIN 53019-2 (2001)

4. 3. 5 振動粘度計

- 1) 振動子が受ける粘性抵抗(粘度と密度の積に比例)を計る計測機器であること。
- 2) 振動子は安定した固有振動数を持つものであること。
- 3) 測定原理については、例えば2. 2の関連文書の中の「改訂 粘度、計量管理技術双書(1)」の該当する記載を参照すること。

5. 設備

校正用機器及び設備の例を表2に示す。

- 1) 表 2 に例示する校正用機器は全てを保有する必要はなく、校正方法により必要な校正用機器を組み合わせて使用する。(6. 及び8. 参照)
- 2) 校正事業者が実現しようとする不確かさに応じて、使用する校正用機器等に要求される性能は異なる。
- 3) 表 2 に掲げる校正用機器は、使用頻度、使用履歴、特性等を考慮し、実態に即した校正周期又は点検周期を設定することが望ましい。

参照標準		│ │校正対象機器	校正方法	校正用機器及び設備		
		1人工 2) 多 1 及 位		名称	仕様	
				国本料無維明 (注)	不確かさ:	
				周波数標準器 (注)	OO ms	
				油 中計/恒油 排油 中/	不確かさ:	
				温度計(恒温槽温度)	OO mK	
				温度計(粘度計校正用標	不確かさ:	
				準液採取時温度)	$\Delta\Delta$ $^{\circ}$ C	
				温度計(環境管理用)	不確かさ:	
				温及計(環境自垤用)	♦	
公 四 色	管式粘度校正装置	粘度計校正用 標準液	比較法	湿度計(環境管理用)	不確かさ:	
小田田	5.人们及仪正衣但		104以72		□□%	
				大気圧力計(環境管理	不確かさ:	
				用)	× × hPa	
				天びん(粘度計校正用標	分解能:	
				準液密度測定用)	0.1 mg	
				ピクノメータ(粘度計校正	不確かさ:	
				用標準液の密度)	OO g/cm ³	
				振動式密度計(粘度計校	不確かさ:	
				正用標準液の密度)	$\Delta\Delta$ g/cm ³	
告		細管粘度計、		上記の表中で「粘度計校		
常用参照標準	粘度計校正用標準液	回転粘度計、	比較法	正用標準液」を「校正用		
		振動粘度計		液体」に読み替える。		
	細管粘度計	粘度校正液、				
	回転粘度計	ニュートン性液	比較法			
+	振動粘度計	体				

表 2. 校正用機器及び設備の例

(注)細管式粘度校正装置に付属する周波数標準器は、常用参照標準に該当する。

6. 測定のトレーサビリティと校正

- 1) 校正用機器及び室内環境測定器において重要校正用機器については、IAJapan 測定のトレーサビリティに関する方針(URP23)に従うこと。また、それぞれの常用参照標準による校正用機器の校正手順、不確かさの見積もり手順が文書化されていること。内部校正の参照標準についても同方針に従うものでなければならない。
- 2) 各粘度計内の試料液体又は校正用液体の温度(粘度計を入れる恒温槽内の温度も含む。)を測定する温度計は、国家計量標準にトレーサブルであること。
- 3) 細管式粘度校正装置により粘度計校正用標準液を校正する場合には以下の条件を満

たすこと。

- a) 空気の密度を算出する場合に用いられる空気の温度、圧力、湿度の各量を測定するための計測機器は、国家計量標準にトレーサブルであること。
- b) 粘度計校正用標準液の密度の校正に使用されるピクノメータは、蒸留水の密度の 国際推奨値又は国家計量標準にトレーサブルな密度標準液を基準に値付けされたも のであること。
- c) 粘度計校正用標準液の密度の校正に使用される振動式密度計は、国家計量標準に トレーサブルであること。
- d) ピクノメータを用いて粘度計校正用標準液の密度を校正する場合には、密度の測定に用いる天びん又ははかりの目盛(感度)を校正するための分銅が、国家計量標準にトレーサブルであること。

7. 施設及び環境条件

7. 1 施設

- 1) 恒久的な施設又は恒久的な施設以外の場所で校正を実施する場合は、校正の結果に影響するので、7. 2環境の項を参考にして校正室の環境条件について文書化すること。
- 2) 校正事業者は、校正方法が要求する全ての計測器及び設備を保有し、常に良好な作動状況に維持すること。
- 3) 常用参照標準、実用標準及びその他の重要な校正用計測器は、必要に応じて保管庫を設ける等、適切に管理されていること。
- 4) 校正室は、校正作業を円滑かつ適切に行うのに十分なスペースを有すること。

7.2 環境

校正室の環境は、適確に管理され、定期的な環境計測の結果を保持すること。

- 1) 校正室の設定温度及び温度変動幅は、校正に影響を及ぼさない範囲にコントロール 可能なこと。
- 2) 校正室の湿度は、通常の電子計測器の使用に差し支えのない範囲であること。
- 3) 校正室の外部振動は、校正に影響を及ぼさない範囲であること。
- 4) 校正実施時に大気圧力が急激に変動するような状況のもとでは校正は行わないこと。
- 5) 電源電圧変動等の影響:電気計測器の仕様を満たす十分な容量の電源を使用すること。
- 6) 校正結果に影響を与える塵埃等は、適切な方法により防護する措置を講じること。

8. 校正方法及び方法の妥当性

- 8. 1 校正方法
 - 1) 校正方法は、校正事業の申請範囲を全て網羅していること。
 - 2) 校正手順書は、次の用件を満たしていること。
 - a) 校正手順書は、具体的かつ詳細に記載されていること。
 - b) 校正手順書は、最新の状態に維持され、全ての校正従事者が利用可能な状態にあること。
 - 3) 細管式粘度校正装置により粘度計校正用標準液を校正する場合には、以下の条件を

満たすこと。

- a) 測定された流下時間の実測データから粘度計定数、又は動粘度値を決定する際には、不確かさや用いる細管粘度計のタイプに応じて、粘度計定数の校正時、試料液体の粘度校正時、及び粘度計への試料液体採取時における各種の実施条件(粘度計管内の空気浮力、試料液体の表面張力、試料液体や粘度計ガラスの熱膨張の温度差による影響等)が異なることに起因する補正を行うこと。具体的な補正方法については下記の文書に記載の該当項目に従うものとする。
 - 2. 1 引用規格の中の JIS Z 8803(2011), ISO 3104(1994), ISO 3105 (1994), ASTM D2162 (2013), ASTM D446 (1997)
 - ・2. 2 関連文書の中の 0IML D17 (1987), 0IML R69 (1985), 計量研究所報告 (1976年 25 巻第 3 号) とその中の参考文献
- b) 校正結果を報告するための指定された基準温度(以下、指定基準温度と呼ぶ。)を あらかじめ設定しておくこと。指定基準温度と校正実施温度が異なる場合には、試 料液体の動粘度の温度係数を用いて指定基準温度での動粘度を求めるための補正を 行うこと。
- c) 振動式密度計を用いて粘度計校正用標準液の密度を校正する場合には、密度標準 液又は密度既知の粘度計校正用標準液を用いて、粘性が振動式密度計による密度測 定に与える影響が評価された振動式密度計を用いることとする。
- d) 細管式粘度校正装置で校正された粘度計校正用標準液の動粘度とピクノメータ又は振動式密度計で校正された密度から、粘度計校正用標準液の粘度を算出すること。
- 4) 粘度計校正用標準液又は粘度校正液により細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計を 校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 粘度計校正用標準液又は粘度校正液の不確かさを考慮に入れて校正結果を評価すること。
 - b) 粘度計校正用標準液又は粘度校正液の温度を直接測定することができない場合には、粘度計を入れる恒温槽内の温度、又は循環恒温槽の循環液温度を校正用液体の温度と見なし必要に応じて補正すること。
 - c) 水により細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計を校正する場合には、20°C、標準 大気圧力下における動粘度の絶対値の不確かさ(ISO/TR 3666 (1998), 0.17 %)は、 国際的合意に基づいて考慮に入れないものとする。
- 5) 細管粘度計を校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 上記 3) の粘度計定数の校正方法において、該当する必要な校正方法に従うものとする。
 - b) 懸垂液面型粘度計の場合には、試料採取時の温度と測定時の温度差に起因する試料熱膨張の補正は考慮しなくてよい。
- 6) 回転粘度計を校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 粘度及びずり速度の範囲に応じて、温度測定の不確かさ、トルクの直線性と再現性、校正用液体の温度分布や回転流動に伴う摩擦熱、回転子の位置の再現性や回転の偏心、幾何形状、回転数、試料量等が校正に与える影響を評価し、不確かさに応じて必要であれば補正すること。
 - b) 単一円筒形回転粘度計を校正する場合には、次の文書の該当する記載に従って校

正する。

- 2. 1 引用規格の中の JIS Z8803 (2011), ISO 2555 (1989) (JIS K 7117-1 (1999))
- c) 共軸二重円筒形回転粘度計及び円すい一平板形回転粘度計を校正する場合には、 次の文書の該当する記載に従って校正する。
 - 2. 1 引用規格の中の JIS Z8803 (2011), ISO 3219 (1993) (JIS K 7117-2 (1999)), DIN 53019-1 (2008), DIN 53019-2 (2001)
- 7) 振動粘度計を校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 粘度計校正用標準液又は粘度校正液に記載されている粘度、動粘度、密度の校正 実施温度と振動式粘度計を校正する温度に差がある場合は適切な粘度、密度補間式 を決定する。補間式としては JIS Z8809 (2011)解説等を参照すること。
 - b) 粘度を η 、動粘度を ν 、密度を ρ とすると、振動式粘度計の検出量は η ρ に比例 するので、必要に応じて適切な温度における密度値を決定して動粘度、粘度を校正 することができる。
- 8) 細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計により粘度校正液又はニュートン性液体を校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 粘度計の不確かさを考慮に入れて校正結果を評価すること。
 - b) 試料液体の温度を直接測れない場合においては、粘度計を入れる恒温槽内の温度、 又は循環恒温槽の循環液温度を試料液体の温度と見なし必要に応じて補正すること。
 - c) 細管粘度計により校正を行う場合には、上記3) の粘度計校正用標準液の校正方法に該当する必要な校正方法に従うものとする。また校正実施場所について粘度計定数の校正実施場所と異なる場合は重力加速度の違いによる粘度計定数への影響を評価し、不確かさに応じて必要であれば補正すること。粘度を校正する場合には国家計量標準にトレーサブルな方法で粘度校正液、又はニュートン性液体の密度を校正すること。
 - d) 回転粘度計により校正を行う場合、校正実施時の温度、ずり速度及び粘度の範囲が、粘度計定数校正時の温度、ずり速度及び粘度の範囲と異なるときには、温度、ずり速度及び粘度の違いが校正に与える影響を評価し、必要であれば補正すること。単一円筒形回転粘度計により校正を行う場合には、上記 6) の b) の文書の該当する記載に従って校正する。共軸二重円筒形回転粘度計及び円すい一平板形回転粘度計により校正を行う場合には、上記 6) の c) の文書の該当する記載に従って校正する。
 - e) 振動粘度計により校正を行う場合は、必要に応じて国家計量標準にトレーサブル な方法で粘度校正液又はニュートン性液体の密度を値付けして、粘度又は動粘度を 求めること。
- 9) 常用参照標準又は実用標準が粘度計であって、校正対象機器である各粘度計を同一 槽内に入れて同一試料を用いて直接、比較校正する場合には、以下の条件を満たすこと。
 - a) 標準器である粘度計の不確かさを考慮に入れて校正結果を評価すること。
 - b) 試料液体の温度を直接測れない場合においては、粘度計を入れる恒温槽内の温度、 又は循環恒温槽の循環液温度を試料液体の温度と見なし必要に応じて補正すること。
 - c) 槽内の温度分布の均一性、安定性については、必要に応じて補正し校正結果を評価すること。
 - d) 細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正方法については、それぞれ上記 5)、

6)、7) に記載の校正方法に従うものとする。

8. 2 校正手順書によらない場合

校正事業者は、校正依頼者との合意による校正方法で校正を行う場合には、あらかじめその校正方法を文書化し、校正を実施するための詳細仕様について校正証明書に必要な記述を付し、その場合の不確かさを算出し記載すること。また、既に登録された校正方法と追加された手順が異なる場合には、それらについての記載事項変更届を遅滞なく提出すること。

- (注) 登録申請書には、校正手順書及び国家計量標準につながるトレーサビリティ体系図 を添付すること。
- 9. 最高測定能力及び測定の不確かさ
- 9.1 最高測定能力

校正事業者は、使用する設備、校正用機器及び自らの技術能力の範囲で実現できる一番小さな不確かさを最高測定能力として、申請書に記載すること。

9. 2 測定の不確かさ

校正証明書に記載する校正の不確かさは、GUMによって見積もり、表記することを原則とする。不確かさの見積もり手順書は、最新の状態に維持され、全ての校正従事者が利用可能な状態にあること。校正における測定の不確かさの評価(JCG200)に従って、校正の拡張不確かさは、信頼の水準約95%に対応する区間で表記し、その包含係数を併記すること。

- (注) 登録申請書には、不確かさの見積もり手順書及び不確かさ(最高測定能力)の評価の 結果及びバジェット表を添付すること。
- 10. サンプリング 特になし。
- 1 1. 校正品目の取扱い 特になし。

12. 結果の報告(校正証明書)

各校正対象機器の校正証明書の記載内容については、次の事項を考慮すること。また、校 正証明書の記載例を別添2に示す。

- 1) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液については、液の種類、指定基準温度における動粘度及び粘度の校正結果、指定基準温度における密度とその不確かさを記載すること。これらは校正実施時における校正結果を示すものであり、経時変化、保管方法、取扱い方法等により、校正証明書が示す数値から変動する可能性のあることを記載してもよい。また、校正証明書に有効期限を記載してもよい。
- 2) 細管粘度計については、指定基準温度における粘度計定数の校正結果を記載すること。
- 3) 回転粘度計については、指定基準温度における粘度計校正用標準液又は粘度校正液

の校正値(動粘度、粘度及び密度)、校正対象機器が表す値及びその拡張不確かさを記載すること。使用頻度、経時変化、取扱い方法等により、校正証明書が示す数値から変動する可能性のあることを記載してもよい。また、顧客からの依頼があれば、定数を定義した上で、定数の値とその不確かさを校正証明書に記載してもよい。

- 4) 振動粘度計については、粘度計校正用標準液又は粘度校正液の校正値(動粘度、粘度及び密度)、校正対象機器が表す値(粘度と密度の積を含む)及びその拡張不確かさを記載するか、又は、顧客からの依頼や粘度計のタイプに応じて、装置定数を定義した上で、粘度計校正用標準液又は粘度校正液の校正値(動粘度、粘度及び密度)、装置定数の値とその不確かさを記載すること。使用頻度、経時変化、取扱い方法等により、校正証明書が示す数値から変動する可能性のあることを記載してもよい。
- (注) 登録申請書には、校正証明書の様式(必要な場合、英語の様式を含む)を添付すること。

13. 要員

- 13. 1 技術管理者(代理人を含み、グループであっても良い。)の責任、知識、経験等
 - 1) 技術管理者は、校正事業に係る技術上の総合的な責任を持つ。
 - 2) 技術管理者は、粘度の校正事業に係る十分な技術的知識を持ち、校正結果の正確な評価を行う能力を有すること。
 - 3) 技術管理者は、校正従事者に適切な監督及び指示を行う能力を有すること。
 - 4) 以下は、技術管理者に必要とされる知識及び能力の例である。
 - a) 長さの計測及び標準に関する知識
 - b) 質量の計測及び標準に関する知識
 - c)時間の計測及び標準に関する知識
 - d) 温度の計測及び標準に関する知識
 - e)密度の計測及び標準に関する知識
 - f) 湿度の計測及び標準に関する知識
 - g) 粘度の計測及び標準に関する知識
 - h) 比較法による細管粘度計、回転粘度計、振動粘度計の校正方法に関する知識
 - i) 粘度計校正用標準液の種類とその粘度安定性及び安全性に関する知識
 - i) 校正に用いられる校正用計測器による計測の不確かさ評価に関する知識
 - k) 不確かさ評価に必要な統計解析に関する知識
 - 1) 薬品の化学的な性質と安全性に関する基礎知識
- 13.2 校正従事者に対する資格、経験及び教育・訓練
 - 1) 校正従事者は、粘度の校正事業に関わる十分な知識と経験を有すること。範囲の拡大を行う場合、校正従事者は範囲の拡大に必要な技術能力を有すること。
 - 2) 校正事業者は、継続して適切な校正が実施できるよう、また最新の技術に対応できるように校正従事者に対して定期的かつ計画的に教育・訓練を行っていること。
- 1 4. サービス及び供給品の購買 特になし。

15. 登録申請書の記載事項

登録申請書及び別紙の記載例を別添1に示す。

16. その他

16.1 校正結果の品質保証

「IAJapan 技能試験に関する方針」に基づいて校正結果の品質保証を行うこと。

- 16.2 粘度計校正用標準液及び粘度校正液を申請範囲とする認定国際基準(MRA)対応事業者について
 - 1) 粘度計校正用標準液及び粘度校正液を申請範囲とする認定国際基準 (MRA) に対応する事業者の場合は、JCSS 登録の一般要求事項に従い、ISO/IEC 17025 (2005)の他に ISO Guide34 (2009)の該当する項目を審査基準とする。また、認証標準物質としての認証書を作成できることとし、ISO Guide31 (2000)に基づいて保管条件、有効期限等の必要な事項を認証書の中に記載すること。

2) 認証書

- a) 認証値の付与を依頼した者の名称及び住所については、依頼者から要求があった場合には記載することができる。
- b) 認証書には、認証値及びその不確かさを必ず記載するものとする。特定された計量仕様又はその項目に対する適合性の表明は、前述の条件を満たすとき認証書に含めてよいものとする(JIS Q 17025 5.10.4.1 b)項関連)。適合性の表明を行う場合には、JCSS 登録の一般要求事項 5.2.2.4 及び付属書 4(規格への適合性に関する指針)に従うこと。
- c) 認証書には、ISO Guide34 (JIS Q 0034) 及び ISO/IEC 17025 (JIS Q 17025) に適合し、認定されている旨の表記を行っても良い。
- d) 認証書には、認定範囲外の特性値*1を含んでもよいが、その結果は、認定範囲の認証値と同一の表に含めない等の認定範囲外であることを明確に識別すること。認定範囲*2の測定結果が一つも含まれない場合は、認定シンボルを付した認証書は発行できない。
 - *1: 認定範囲外の特性値は、認定を受けた範囲外の特性値であってもよいし、該当する認証値に直接影響しない特性値であってもよい。ただし、この場合にあっても、該当する認証標準物質に関連する測定に限定されるべきである。
 - *2: 認定範囲とは、認定を受けた校正手法の区分、種類、校正範囲及び最高測定能力を意味する。

別添1-1 登録申請書及び別紙の記載例

様式第81					
登録申請書					
平成 年 月 日					
独立行政法人製品評価技術基盤機構 殿					
住 所 東京都○○区◇◇丁目□□番△△号					
名 称 株式会社 □□□□					
代表取締役社長 XXXX 印					
1 Appendix 1777 - 1127					
- Lettange 4 Tange 4					
計量法143条第1項の登録を受けたいので、同項の規定により、次のとおり申請します。					
1. 登録を受けようとする第90条第1項の区分並びに第90条の2の告示で定める区分並びに					
計量器等の種類、校正範囲及び最高測定能力					
粘度(詳細は別紙のとおり)					
2. 計量器の校正等の事業を行う事業所の名称及び所在地					
名 称:株式会社 □□□□□ ××工場					
所在地:〇〇県〇〇市〇〇町〇〇番地〇〇号					
3. 計量法関係手数料令別表第1第12号の適用の有無					
なし					
(次ページへ続く)					

別添1-2 申請書及び申請書別紙の記載例

別 紙

登録に係わる区分: 粘度

恒久的施設で行う校正又は現地校正の別:恒久的施設で行う校正

校正手法の 区分の呼称	種類	校正の範囲		最高測定能力 (信頼の水準約95%)
粘度標準液	粘度計校正用標準液、	動粘度 Amm²/s以上 Bmm²/s以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mm²/s 又は○○ %
· 村/支信/平/仪	粘度校正液	粘度 A mPa·s 以上 B mPa·s 以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mPa·s 又は○○ %

⁽注) 動粘度若しくは粘度のどちらかの校正、又は、動粘度と粘度の両方の校正であることを明記して申請すること。

別 紙

登録に係わる区分: 粘度

恒久的施設で行う校正又は現地校正の別:恒久的施設で行う校正

直入は 30 min 文 (
校正手法の 区分の呼称	種類	校正の範囲		最高測定能力 (信頼の水準約95%)
	細管粘度計	A mm²/s²以上 B mm²/ s²以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mm²/s 又は○○ %
粘度計	回転粘度計	A mm²/s²以上 B mm²/ s²以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	OO mm²/s 又はOO %
	振動粘度計	A mm²/s²以上 B mm²/ s²以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mm²/s 又は○○ %
粘度標準液	粘度校正液	動粘度 Amm²/s²以上 Bmm²/s²以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mm²/s 又は○○ %
	ニュートン性液体	粘度 AmPa·s以上 BmPa·s以下	温度 C °C 以上 D °C 以下	○○ mPa·s 又は○○ %

⁽注) 粘度校正液又はニュートン性液体の場合には、動粘度若しくは粘度のどちらかの校正、又は、動粘度と粘度の両方の校正であることを明記して申請すること。

別添2-1 校正証明書2頁目記載例(粘度計校正用標準液の例)

JCSS 標章又は認定シンボル*2	総数〇〇頁のうち〇〇
	証明書番号

1. 校正結果

温 度	動粘度	粘 度
(°C)	(mm^2/s)	(mPa⋅s)
0000	0000±00	0000±00
0000	0000±00	0000±00
0000	0000±00	0000±00

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数 4~2 である。

2. 校正方法

細管式粘度校正装置を用いた比較測定法による動粘度測定、動粘度に密度を掛けて粘度を算出する。

3. 校正実施条件

動粘度校正時の校正室内環境条件は次のとおり。

空気温度(°C)	相対湿度(%)	大気圧力(hPa)
00~00	00~00	00~00

粘度の算出にはピクノメータによる次の密度測定結果を用いた。

温度(°C)	密度(g/cm³)
0000	0000±0000
0000	0000±0000
0000	0000±0000

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数 4-2 である。

以上

^{*2: 2}頁目以降には JCSS 標章又は認定シンボルを付しても付さなくても良い。ただし、認定の対象とならないデータのみが記載されている頁には JCSS 標章又は認定シンボルを付してはならない。

別添2-2 校正証明書2頁目記載例(細管粘度計の例)

JCSS 標章又は認定シンボル* ²	総数〇〇頁のうち〇〇
	in i

1. 校正結果

温度	粘度計定数
(°C)	(mm^2/s^2)
0000	0000±00

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数 4-2 である。

2. 校正方法

粘度計校正用標準液を用いた比較測定法により粘度計定数の校正を行った。

3. 校正実施条件

校正に用いた粘度計校正用標準液の動粘度の校正値は、 $\bigcirc\bigcirc\bigcirc\bigcirc$ °Cにおいて、 $\bigcirc\bigcirc\bigcirc\bigcirc$ \bigcirc mm²/s である。

粘度計定数は、測定される流出時間及び粘度計の形状仕様により、校正不確かさに対して運動 エネルギーの補正が無視できるとして求めたものである。

校正時の校正室内環境条件は次のとおり。

空気温度(°C)	相対湿度(%)	大気圧力(hPa)
00~00	00~00	00~00

以上

^{*2: 2}頁目以降には JCSS 標章又は認定シンボルを付しても付さなくても良い。ただし、認定の対象とならないデータのみが記載されている頁には JCSS 標章又は認定シンボルを付してはならない。

別添2-3 校正証明書2頁目記載例(回転粘度計の例)

JCSS 標章又は認定シンボル* ²	総数〇〇頁のうち〇〇 証明 書番号

1. 校正結果

温 度	粘度		
	粘度計校正用標準液の校正値	校正対象機器が表す値	
(°C)	(mPa·s)	(mPa⋅s)	
0000	0000	0000±00	
0000	0000	0000±00	
0000	0000	0000±00	

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数 4-2 である。

2. 校正方法

粘度計校正用標準液を用いた比較測定法により校正対象機器の校正を行った。

3. 校正実施条件

動粘度校正時の校正室内環境条件は次のとおり。

空気温度(°C)	相対湿度(%)	大気圧力(hPa)
00~00	00~00	00~00

以 上

^{*2: 2}頁目以降には JCSS 標章又は認定シンボルを付しても付さなくても良い。ただし、認定の対象とならないデータのみが記載されている頁には JCSS 標章又は認定シンボルを付してはならない。

別添2-4 校正証明書2頁目記載例(振動粘度計の例)

JCSS 標章又は認定シンボル*2	総数〇〇頁のうち〇〇 証明 書番号

1. 校正結果

温 度	粘度と密度の積	
	粘度計校正用標準液の校正値	校正対象機器が表す値
(°C)	$(mPa \cdot s \times g/cm^3)$	$(mPa \cdot s \times g/cm^3)$
0000	0000	0000±00
0000	0000	0000±00
0000	0000	0000±00

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数 4-2 である。

振動粘度計の検出量は、粘度 η と密度 ρ の積 η ρ となっているので、必要に応じて適切な温度における密度値を決定して動粘度、粘度を求めることが出来る。

2. 校正方法

粘度計校正用標準液を用いた比較測定法により校正対象機器の校正を行った。

3. 校正実施条件

動粘度校正時の校正室内環境条件は次のとおり。

空気温度(℃)	相対湿度(%)	大気圧力(hPa)
00~00	00~00	00~00

以上

^{*2: 2}頁目以降には JCSS 標章又は認定シンボルを付しても付さなくても良い。ただし、認定の対象とならないデータのみが記載されている頁には JCSS 標章又は認定シンボルを付してはならない。

別添2-5 校正証明書2頁目記載例(振動粘度計の例)

JCSS 標章又は認定シンボル*²

総数〇〇頁のうち〇〇 証明書番号

1. 校正結果

温 度 装置定数
(°C) (mPa·s × g/cm³ / V)
OOOO OOO±OO

記号士に続く数値は、信頼の水準約95%における拡張不確かさであり、包含係数k=2である。

振動粘度計の検出量は、粘度 η と密度 ρ の積 η ρ となっているので、必要に応じて適切な温度における密度値を決定して動粘度、粘度を求めることが出来る。

2. 校正方法

粘度計校正用標準液を用いた比較測定法により、次に定義される装置定数を決定した。 校正対象機器が表す値 E (V) と、粘度 η (mPa·s) と密度 ρ (g/cm³) の積 η ρ (mPa·s × g/cm³) の関係は、装置定数を a (mPa·s × g/cm³ / V) として下記のように表される。

$$\eta \rho = aE$$

3. 校正実施条件

校正に用いた粘度計校正用標準液の動粘度、粘度及び密度の値は、〇〇〇〇°Cにおいて、それぞれ〇〇〇〇 mm²/s、〇〇〇 mPa·s、及び〇〇〇〇 g/cm³ である。

動粘度校正時の校正室内環境条件は次のとおり。

 空気温度 (°C)
 相対湿度 (%)
 大気圧力 (hPa)

 OO~OO
 OO~OO

以 上

^{*2: 2}頁目以降には JCSS 標章又は認定シンボルを付しても付さなくても良い。ただし、認定の対象とならないデータのみが記載されている頁には JCSS 標章又は認定シンボルを付してはならない。

【今回の改訂のポイント】

- 1. 引用規格及び関連文書の発行年数、規格番号を最新のものに整合させた。(2. 引用規格及び関連文書)
- 2. 細管式粘度校正装置に付属する測時カウンタを常用参照標準(周波数標準器)として規定した。(3. 用語)
- 3. 校正証明書記載例に記述されている拡張不確かさの区間と用語を見直した。(別添2-1~2-5)